10 / 501103 DT04 Rec'd PCT/PTO 0 7 JUL 2004

DOCKET NO.: 15675P537

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re t	he Application of:	
Тни	erry Lagarde, et al.	Art Group:
Applio	cation No.:	Examiner:
Filed:		
For:	method of producing a sheet comprising through pores and the application thereof in the production of micronic and submicronic filters	
P.O,	missioner for Patents Box 1450 andria, VA 22313-1450	.
_	REQUEST FO	OR PRIORITY
Sir:	Applicant respectfully requests a convecation, namely: APPLICA COUNTRY NUMB France 02/00 A certified copy of the document is be	ATION BER DATE OF FILING 18 7 January 2002
Los An	Bla	spectfully submitted, ukely, Sokoloff, Taylor & Zafman LLP c S. Hyman, Reg. No. 30,139

EPUBLIQUE FRANÇAIS



PCT/FR / 0 0 0 2 0

REC'D 2 4 MAR 2003

WIPO PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1.a) OU b) Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE





BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTIL

cerfa. N° 11354*01

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

RATIONAL DE LA PROPRIETE
LA PROPRIETE
26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2



[=:		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 540 W / 300301		
REMISE DES PIÈCES Réservé à l'INPI		NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE		
7 JAN 2002		À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE		
75 INPI PARIS		•		
	3	Cabinet REGIMBEAU		
N° D'ENREGISTREMENT 02001118 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	₽	20, rue de Chazelles 75847 PARIS CEDEX 17		
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE	0002			
PAR L'INPI U 7 JA	N. 2002	FRANCE		
Vos références pour ce dossier				
(facultatif) 239616 RS	T - 10 11 11 1	UNIOL 2 L Afficación		
Confirmation d'un dépôt par télécopie	_ I	r l'INPI à la télécopie		
NATURE DE LA DEMANDE	Cochez l'une des	4 cases sulvantes		
Demande de brevet	X			
Demande de certificat d'utilité				
Demande divisionnaire				
Demande de brevet initiale	N°	Date Lilia		
	1	Date Lilia		
ou demande de certificat d'utilité initiale		### DOING		
Transformation d'une demande de		Data I. I. I. I. I		
brevet européen Demande de brevet initiale	Nº Nº	Date Lill		
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)				
	EIIILE PRESENT	PANT DES PODES TO A VED SANTS ET A DOI ICATION A I A		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I	DOIDED I REDEN.	TANT DESTORES TRAVERSANTS ET ATTECATION A LA		
18-54				
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I				
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I				
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I				
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO		icroniques.		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ	NIQUES ET SUBM	ICRONIQUES.		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE	Pays ou organisat Date	ion N°		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ	Pays ou organisat	ion N°		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE	Pays ou organisat Date	ion N°		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE	Pays ou organisat Date	ion N°		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE	Pays ou organisat Date	ion N° ion N° ion		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisat Date! Pays ou organisat Date! Pays ou organisat Date! S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° ion N°		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE DEMANDEUR	Pays ou organisat Date! Pays ou organisat Date! Pays ou organisat Date! S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° ion		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisat Date	ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale	Pays ou organisat Date	ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° ion N° ion		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» putres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» wires demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» wires demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» wires demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a	ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF	Pays ou organisat Date	ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF Rue Adresse Code postal et ville	Pays ou organisat Date	ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF Rue Adresse Code postal et ville Pays	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a CENTRE NATIO ETABLISSEMEN 304981310 ! 3, rue Michel An FRANCE	ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE PRÉNOMS Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF Rue Adresse Code postal et ville Pays Nationalité	Pays ou organisat Date	ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		
PROCEDE POUR FABRIQUER UNE I FABRICATION DE FILTRES MICRO DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF Rue Adresse Code postal et ville Pays	Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date Pays ou organisat Date S'il y a d'a CENTRE NATIO ETABLISSEMEN 304981310 ! 3, rue Michel An FRANCE	ion N° ion N° ion N° autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» NAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)		



BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILIT



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 2/2

R2

ional attribu s référenc	es pour ce dossier :	239616 RS
cultatif)		The second of th
MANDA	TAIRE	
Nom		
Prénom		
Cabinet	ou Société	Cabinet REGIMBEAU
N Odo p	ouvoir permanent et/ou	
	contractuel	The second secon
•	Τ΄	20, rue de Chazelles
Adresse		
	Code postal et ville	75847 PARIS CEDEX 17
	éléphone (facultatif)	01 44 29 35 00
	élécopie (facultatif)	01 44 29 35 99 info@regimbeau.fr
	électronique (facultatif)	Info@feginiocad.tr
2 INVENT	reur (S)	
Les inv	enteurs sont les demandeurs	Oui Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée
		Wildument pour une demande de brevet (y compris division et transformation
i nappi	ORT DE RECHERCHE	
	Établissement immédi ou établissement diffé	r6 🗂
	ou etablissement unte	Palement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques
Paiem	ent échelonné de la redevance	Oui
, alcili	en concionio ao iniciona	□ Non
RÉDU	CTION DU TAUX	Uniquement pour les personnes physiques
	REDEVANCES	Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)
		Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour celle invention ou indiquer sa référence):
		pour cette invention ou thanquer surregioentely
Si vo	us avez utilisé l'imprimé «Suite: uez le nombre de pages jointes	o,
indiq	uez le nombre de pages jources	
F	THE PERSONNELLO	VISA DE LA PRÉFECTURE
100 SIGN	IATURE DU DEMANDEUR DU MANDATAIRE	OU DE L'INPI
(Non	n et qualité du signataire)	Million 192 /227 Abriello
	ii ct quanta an i g	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPL

10

15

20

25

30

35

L'invention concerne la fabrication de feuilles et de membranes à pores traversants pour la réalisation de filtres microniques et submicroniques à pores cylindriques calibrés, et les feuilles, membranes et filtres ainsi obtenus :

Les domaines d'application de ces filtres recouvrent des techniques très variées comme la filtration de l'air et plus généralement des gaz, la filtration des effluents liquides et en particulier la filtration tangentielle, la filtration des poudres pour leur séparation ou leur calibration.

Ce type de filtre peut trouver des applications en agro-alimentaire, en pharmacie, dans le domaine du traitement des rejets gazeux ou liquides, dans le domaine de la production et de la fourniture de gaz purs exempts de poussière, et plus généralement dans tous les domaines industriels nécessitant des étapes de séparation et de filtration.

D'autres domaines d'applications comme l'optique VUV, UV, visible, IR et les rayons X peuvent aussi être intéressés par la réalisation de réseaux de pores (ou de trous) dans des matériaux diélectriques, composites (cristaux photoniques) ou métalliques.

On réalise actuellement différents types de filtres par des techniques très diverses.

Pour la filtration tangentielle, les filtres les plus couramment utilisés sont des filtres en alumine ou zircone frittée sur support alumine ou graphite. Ils se présentent généralement sous la forme de tubes aux parois poreuses de diamètre de l'ordre du cm et de 10 à 20 cm de long.

Les filtres réalisés en matériaux frittés, bien qu'utilisés à grande échelle, sont relativement coûteux et présentent un certain nombre d'inconvénients et de limitations. En premier lieu, les pores de matériaux frittés ne sont pas rectilignes et sont au contraire très

10

15

20

25

30

35

tortueux et leur section varie le long de leur trajet. Cette géométrie des pores entraîne un colmatage très rapide des pores et rend en outre très difficile sinon impossible le décolmatage des filtres par flux inverse. Ensuite, les matériaux frittés présentent généralement une distribution du diamètre moyen des pores répartivement étendue autour de la valeur moyenne.

L'existence d'une telle distribution exclut donc ce type de filtres pour les applications nécessitant une grande sûreté de séparation. Enfin, la rugosité des surfaces, intrinsèque aux matériaux frittés, n'est pas favorable à un bon écoulement des fluides, en particulier apparaît il En outre, filtration tangentielle. modifier nature la impossible, de voire difficile, physico-chimique des surfaces dans les méandres des pores.

Une autre technique bien connue est la réalisation de films poreux minces en matériaux polymères de type polysulfones obtenus par une attaque chimique préférentielle le long des trajectoires ioniques obtenues à travers le film en le soumettant dans un accélérateur à un flux d'ions de très haute énergie.

En ce qui concerne la technique utilisant l'attaque chimique préférentielle le long des trajectoires ioniques dans les polysulfones soumis à un bombardement d'ions à haute énergie, les pores ont des trajectoires rectilignes et leur diamètre ne s'écarte que faiblement de leur valeur moyenne (qui dépend de la durée de l'attaque chimique). Cependant, la distribution des pores sur la surface est aléatoire si bien que deux ou plusieurs impacts ioniques voisins peuvent engendrer des pores de diamètres bien supérieurs à celui obtenu à partir d'un impact isolé. Enfin, les films minces de polysulfones sont d'une fragilité extrême, ce qui limite énormément leur champ d'utilisation.

10

15

20

25

30

Une autre technique moins connue consiste à réaliser des trous dans une plaque de silicium par gravure plasma du silicium à travers un masque, puis à amincir la plaque jusqu'à ce que les trous débouchent pour former un réseau de pores.

Dans le cas de filtres gravés dans des plaquettes de silicium, les techniques classiques de lithographie et de (cf. plasma par gravure anisotrope par « Anisotropic etching of polymers in $50_2/0_2$ plasmas » par Michel Pons, Jacques Pelletier, Olivier Joubert (J. Appl. Phys. 75(9) 1 mai 1994)) permettent d'obtenir un réseau de pores calibrés de grande densité aréolaire. cette technique présente plusieurs Malheureusement, inconvénients et limitations, à savoir, i) la nécessité d'amincir la plaquette (typiquement de 500μm à fraction de μ m) afin d'éviter des pertes de charge trop le importantes du flux traversant filtre ; limitation du procédé aux dimensions maximales des iii) le coût exorbitant du existantes ; plaquettes matériau de départ (monocristal de grande épaisseur, incompatible avec celui des filtres utilisés dans la filtration industrielle ; iv) la fragilité des filtres à partir d'un matériau cassant réalisés contraintes) ; v) l'impossibilité de mettre en forme les filtres obtenus (tubes, scellements); vi) la résistance la corrosion (attaque par les solutions inégale à fortement basiques et certains acides).

Un but de l'invention est la réalisation de membranes filtrantes minces comportant des réseaux de pores cylindriques calibrés de grande densité aréolaire

Selon la présente invention, on réalise une membrane filtrante par un procédé qui comprend essentiellement les opérations suivantes :

10

15

20

30

- A) préparation d'une feuille, d'une épaisseur de $5\mu m$ à quelques dizaines de micromètres, apte à être gravée par une opération lithographique ;
- B) réalisation sur une face de la feuille d'un masque présentant une sélectivité S de gravure au moins égale à 5, la sélectivité S étant définie comme le rapport de la vitesse de gravure VF du matériau de la feuille à la vitesse de gravure VM du masque;
- C) dépôt sur le masque d'une couche de résine photosensible ;
 - D) réalisation de pores traversants dans la couche de résine, par photolithographie, selon la configuration de pores à réaliser;
 - E) gravure traversante du masque à travers les pores de la couche de résine ;
 - F) gravure anisotrope traversante de la feuille à travers les pores du masque pour réaliser dans la feuille des pores ayant un facteur de forme supérieur à 5, le facteur de forme étant défini comme le rapport de la profondeur des pores à leur diamètre.

Dans des modes de réalisation préférés, le procédé comprend encore une ou plusieurs des opérations suivantes:

- -le procédé comprend un découpage de la feuille en membranes individuelles ;
 - -on utilise une feuille en matériau métallique ;
 - -la réalisation de pores dans la couche de résine est obtenue par transfert par interférences d'une image de la configuration de pores ;
 - -la résine photosensible constitue également le masque ;
 - -l'une au moins des opérations de gravure est réalisée dans un plasma.

15

20

25

35

Si la rugosité de la feuille est trop importante pour l'opération lithographique, sa surface doit subir des traitements préalables de polissage chimique ou électrochimique.

Pour la réalisation d'un filtre, la feuille ou la membrane découpée dans la feuille est utilisée à plat ou roulée en tube, et fixée à un support, de façon en soi connue.

Certaines des opérations peuvent être réunies en une 10 seule étape ou peuvent comporter plusieurs étapes, par exemple la réalisation de couches successives.

La feuille de départ, de préférence en matière métallique, peut se présenter sous forme d'une feuille de grandes dimensions ou d'un rouleau. En variante, la feuille est en matériau polymère ou composite, ou est recouverte d'un film métallique.

Le masque est réalisé par tout moyen en soi connu.

Le carbone peut avantageusement être utilisé comme masque de pulvérisation car il présente généralement un rendement de pulvérisation bien plus faible que celui des métaux.

La réalisation de l'image est obtenue par dépôt d'une couche de résine (photosensible, électrosensible, sensible aux rayons X, etc) et insolation de la résine par un flux d'énergie (UV, photons, électrons, rayons X, etc). la résine peut éventuellement faire à la fois office de résine et de masque (cas des résines silylées en plasma d'oxygène).

Pour la réalisation des gravures profondes à facteur 30 de forme très élevé dans un plasma, il est possible d'utiliser :

1) soit des gaz de gravure capables de former, par des réactions chimiques induites par le bombardement ionique, des produits de réaction volatils avec le métal ou les éléments constituant la feuille

10

15

20

30

métallique ou le film. Une condition nécessaire est l'existence de composés volatils stables avec les éléments constituants le film ;

2) soit des gaz peu ou pas réactifs (gaz rares purs ou en mélange) permettant de pulvériser le film par bombardement ionique à forte énergie.

Dans le premier cas, pour obtenir une gravure plasma parfaitement anisotrope on peut mettre en oeuvre :

- a) la gravure cryogénique qui permet de ralentir les cinétiques de gravure chimique spontanée jusqu'à les rendre quasiment nulles;
 - b) la gravure avec passivation latérale des parois à l'aide d'un dépôt protecteur dont la cinétique de gravure chimique spontanée est inférieure à la vitesse de croissance du dépôt protecteur;
 - c) la gravure avec blocage des cinétiques de réaction spontanée par absorption concurrentielle sur les parois d'un élément réactif inhibant les réactions spontanées;
 - d) la gravure avec blocage des cinétiques de réaction spontanée par les effets stériques (cas de la gravure avec les halogènes dont le rayon des atomes varie de façon significative).

Le masque est enlevé après l'opération de gravure, si 25 nécessaire.

Les membranes sont de préférence réalisées dans des continus (polymères, des films dans feuilles ou feuillards métalliques) dont la largeur est de l'ordre du mètre et qui fourniront chacune plusieurs membranes. La fabrication est de préférence réalisée à plat, en ligne, par défilement séquentiel de la feuille, par analogie aux procédés de fabrication collectifs utilisés en microélectronique. A chaque séquence, la feuille avance d'un au poste suivant, chaque poste d'un cran,

15

20

30

correspondant à une opération ou à une sous-opération du procédé de fabrication.

Pour la réalisation d'un filtre tubulaire, la membrane perforée est roulée en cylindre puis soudée bord à bord. De préférence, les zones destinées à la soudure sont exemptes de pores, ce qui nécessite leur protection pendant l'opération de lithographie ou de gravure.

Pour la réalisation d'un filtre plan, la membrane est éventuellement scellée sur un support.

Outre un coût de fabrication très faible résultant d'un procédé de fabrication en ligne permettant des cadences élevées, la réalisation de filtres réalisés selon l'invention à partir de membranes minces présentent de nombreux avantages, à savoir :

- a) nombre d'étapes de fabrication réduit (par exemple, pas d'amincissement nécessaire)
 - b) possibilité de réaliser des filtres de toutes formes et de toutes dimensions,
 - c) bonne tenue mécanique des filtres métalliques, principalement,
 - d) bonne résistance à la température pour les filtres réalisés dans des films en métal réfractaire,
 - e) bonne résistance à la corrosion en fonction de la composition du filtre,
- 25 f) grande sûreté de séparation due à la parfaite calibration des pores,
 - g) la surface des filtres présente une faible rugosité,
 - h) le fait que les filtres présentent des pores cylindriques traversants permet un décolmatage très efficace par flux inverse,
 - i) l'absence de méandres le long des pores permet d'envisager un traitement efficace de leur surface par un procédé physico-chimique,

20

25

30

la grande densité aréolaire de pores permet de i) filtrer des flux importants de matière (liquides, gaz, poudres).

L'invention permet de réaliser des filtres à grande densité aréolaire de pores microniques et submicroniques 5 calibrés.

Les dimensions des tubes peuvent être identiques à celles des tubes actuels. L'épaisseur des parois peut varier de 5 μ m à quelques dizaines de micromètres en fonction du diamètre des pores. En effet, si le diamètre il est préférable de réduire des pores est faible, pores (et longueur des 1a corrélativement l'épaisseur de la membrane) si l'on ne veut pas réduire de façon trop importante la conductance des pores. Toutefois, la réduction de l'épaisseur du film accroît 15 aussi sa fragilité ce qui peut nécessiter l'utilisation de supports ou de renforts mécaniques (grilles, etc).

Pour les applications à la microfiltration, il faut pouvoir disposer d'une gamme étendue de diamètres de pores, depuis le dixième de micromètre ou moins jusqu'à quelques dizaines de micromètres. Si le diamètre des pores est égal à la distance entre pores, la densité de des pores: le diamètre pores est fixée par 10⁶ pour un diamètre de pores de $0.5\mu m$ pores/cm² 10⁴ diamètre de de 5μm, pores pores/cm² pour un pores/cm2 pour un diamètre de pores de $50\mu m$, etc.

On a représenté sur le dessin joint :

- en fig. 1, un schéma en coupe verticale et en vue de dessus d'une feuille comportant un réseau de pores, réalisée selon l'invention ;
- en fig. 2, un schéma des étapes successives d'un exemple de mise en oeuvre du procédé de fabrication de l'invention.

Sur la figure 1, la partie supérieure de la figure est une coupe verticale d'une partie d'une feuille 35

20

25

comportant un réseau de pores et la partie inférieure de la figure est une vue de dessus partielle de la feuille.

A titre d'exemple, la feuille est une feuille métallique par exemple une feuille de molybdène de 10 micromètres d'épaisseur, les pores forment un réseau carré, ont un diamètre de 0,5 micromètre, une profondeur de 10 micromètres (soit un facteur de forme de 20) et sont espacés de 0,5 micromètres, soit une densité aréolaire de 10⁸ pores/cm².

On a fabriqué le réseau en réalisant les étapes suivantes (figure 2) :

- (1) dépôt sur la feuille F d'un masque M constitué par une couche d'aluminium de 1 micromètre d'épaisseur;
- 15 (2) dépôt sur le masque d'une couche R d'une résine photosensible d'une épaisseur de 1,2 micromètres;
 - (3) transfert par interférences de l'image du réseau de pores dans la résine R et développement de la résine par une technique de la microélectronique;
 - (4) gravure du masque au travers des pores de la couche de résine par un gaz contenant du chlore, du brome ou de l'iode;
 - (5) enlèvement de la résine résiduelle
 (facultatif);
 - (6) gravure anisotrope du film F par un gaz à base de fluor au travers des pores du masque;
 - (7) enlèvement du masque (facultatif).

30 Chaque opération est réalisée alors que la feuille est arrêtée à un poste d'une suite de postes à travers lesquels la feuille est déplacée par à-coups.

Eventuellement, plusieurs opérations sont réalisées successivement en un même poste.

La feuille est ensuite découpée en fonction des dimensions des filtres pour fournir une ou plusieurs membranes, et les membranes sont fixées à des supports permettant l'utilisation des membranes comme filtres.

L'invention n'est pas limitée à cet exemple de réalisation, donné uniquement à titre illustratif.

5

15

20

25

35

REVENDICATIONS

- 5 <u>1.</u> Procédé pour fabriquer une feuille présentant des pores traversants, qui comprend les opérations suivantes:
 - A) préparation d'une feuille, d'une épaisseur de $5\mu m$ à quelques dizaines de micromètres, apte à être gravée par une opération lithographique ;
 - B) réalisation sur une face de la feuille d'un masque présentant une sélectivité S de gravure au moins égale à 5, la sélectivité S étant définie comme le rapport de la vitesse de gravure VF du matériau de la feuille à la vitesse de gravure VM du masque;
 - C) dépôt sur le masque d'une couche de résine photosensible;
 - D) réalisation de pores traversants dans la couche de résine, par photolithographie, selon la configuration de pores à réaliser;
 - E) gravure traversante du masque à travers les pores de la couche de résine ;
 - F) gravure anisotrope traversante de la feuille à partir des pores du masque pour réaliser dans la feuille des pores ayant un facteur de forme supérieur à 5, le facteur de forme étant défini comme le rapport de la profondeur des pores à leur diamètre.
 - 2. Procédé selon la revendication 1 et qui comprend un découpage de la feuille en membranes individuelles.
- 30 <u>3.</u> Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel on utilise une feuille en matériau métallique.
 - 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel la réalisation des pores dans la couche de résine est obtenue par transfert par interférences d'une image de la configuration de pores.

15

20

12

- 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, dans lequel ladite résine constitue également le masque.
- 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel l'une au moins des opérations de gravure est réalisée dans un plasma.
- 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, dans lequel les opérations sont réalisées successivement au cours d'un défilement séquentiel de la feuille.
- 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7 qui comprend une opération de roulage en cylindre de la feuille ou d'une membrane découpée dans la feuille et soudage de ses bords.
 - 9. Les feuilles ou les membranes à pores traversants fabriquées par un procédé selon l'une des revendications 1 à 8.
 - 10. Les filtres à pores traversants cylindriques calibrés d'un diamètre compris entre le dixième de micromètre ou moins et quelques dizaines de micromètres fournis par une feuille ou une membrane selon la revendication 9.

Figure 1.

CASSET BEGINDSAG

OUPLICATA

will sentama è l'origina

1/2

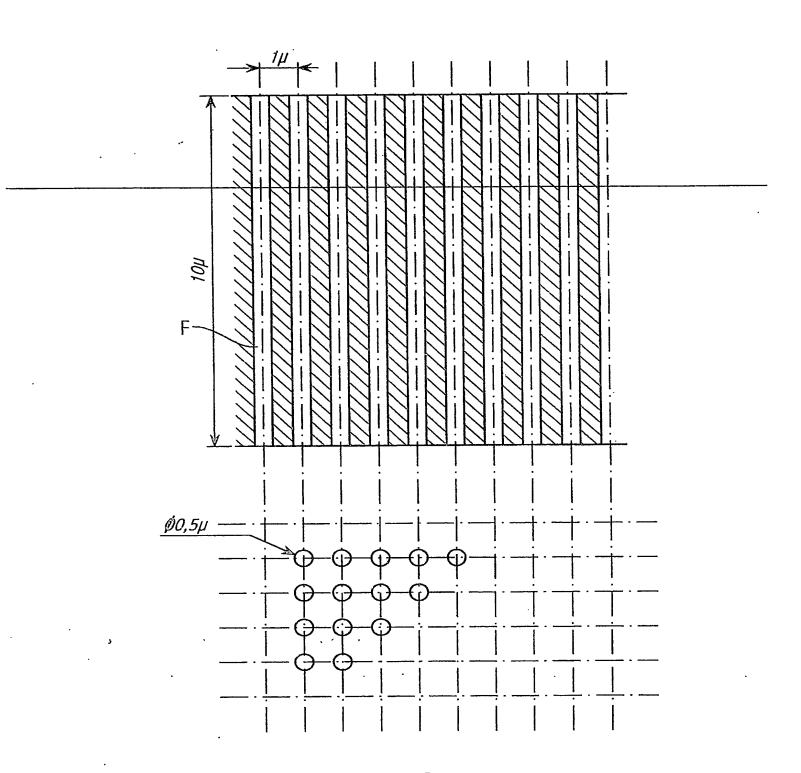
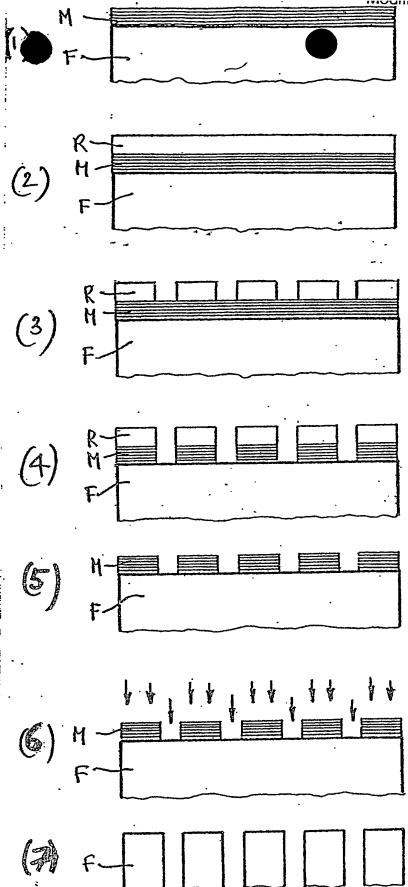


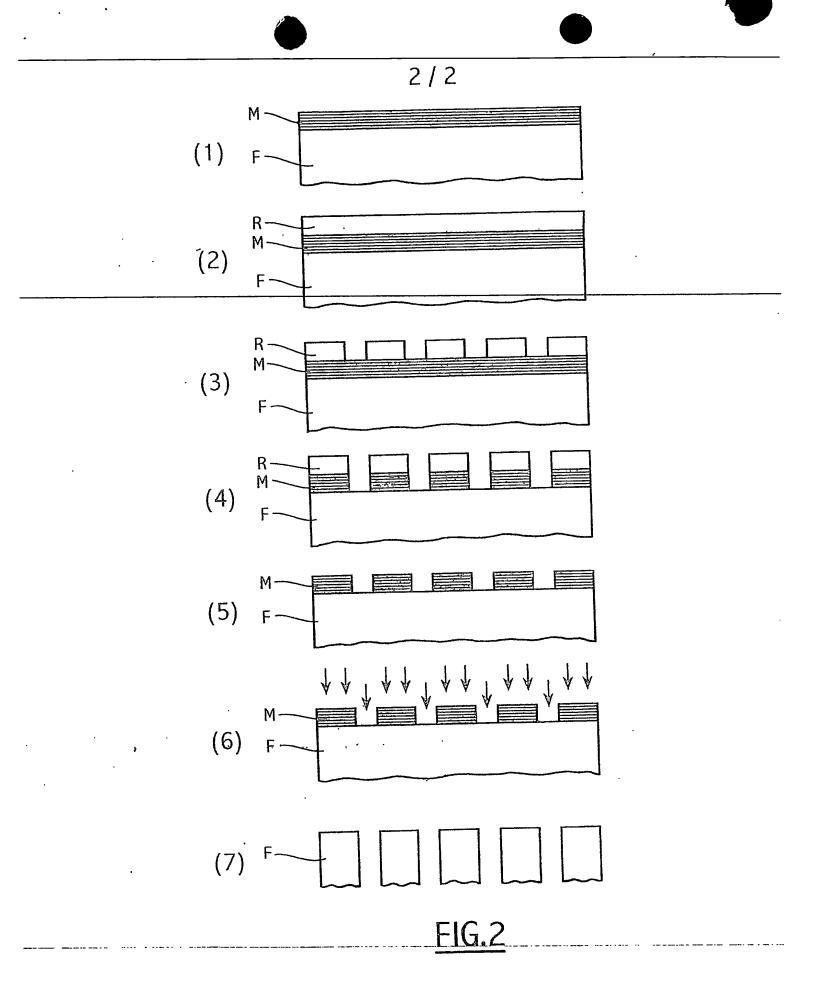
FIG. 1



Carrier REGISSEAS CLIPLICATA Consider de recorde de considera

: ₁₂ .

Figure 2







BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UT



DB 113 W /260899

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° .1./.2.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Vos références pour ce dossier , (facultatif)		239616 RS	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0200118	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espa			
PROCEDE PO	UR FABRIQUER UNE FE	EUILLE PRESENTANT DES PORES TRAVERSANTS ET APPLICATION A LA	
FABRICATION	DE FILTRES MICRONIC	QUES ET SUBMICRONIQUES.	
LE(S) DEMAND		·	
CENTRE NAT	IONAL DE LA RECHERO	CHE SCIENTIFIQUE (CNRS): 3, rue Michel Ange, 75016 PARIS - FRANCE	
	•	•	
DESIGNE(NT) utilisez un forn	EN TANT QU'INVENTEUR(nulaire identique et numéro	S): (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, otez chaque page en indiquant le nombre total de pages).	
Nom		LAGARDE Thierry Léon	
Prénoms			
Adresse	Rue	1725A, route de Fontagneux 38450 VIF. – FR	
	Code postal et ville		
Société d'appart	enance (facultatif)		
Nom		LACOSTE Ana	
Prénoms			
Adresse	Rue	44, avenue Général Leclerc 38950 St MARTIN LE VINOUX, FR	
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		PELLETIER Jacques	
Prénoms			
Adresse	Rue	8, Chemin du Fort Le Mûrier 38400 ST MARTIN D'HERES, FR	
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S)			
OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)			
(140m et quante un signataire)			
1			





BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILA



Code de la propriété intellectuelle - Livre-VI

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)	Page	И°	.2./	.2

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

léphone : 01 53 04 53	3 04 Télécopie : 01 42 94 86 54	Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire	DB 113 W /260879
os références pour ce dossier facultatif) 239616 RS			
N° D'ENREGIST	REMENT NATIONAL	0200118	
TITRE DE L'INVI	ENTION (200 caractères ou esp	paces maximum)	
PROCEDE POF	UR FABRIQUER UNE F I DE FILTRES MICRONI	EUILLE PRESENTANT DES PORES TRAVERSANTS ET APPLIC QUES ET SUBMICRONIQUES.	ATION A LA
- man prosecuto	rup/c\.		
LE(S) DEMAND	EUK(2):		
CENTRE NAT	IONAL DE LA RECHER	CHE SCIENTIFIQUE (CNRS): 3, rue Michel Ange, 75016 PARIS -	FRANCE
DESIGNE(NT) utilisez un forr	EN TANT QU'INVENTEUR nulaire identique et numér	(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de tro otez chaque page en indiquant le nombre total de pages).	s inventeurs,
Nom		ARNAL Yves Alban-Marie	
Prénoms			
Adresse	Rue	5, allée de la Treille 38320 POISAT, FR	
	Code postal et ville		
Société d'appart	tenance (facultatif)		
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGN DU (DES) DEN OU DU MAND. (Nom et quali	AANDEUR(S)		
I			

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS
IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
FADED TEXT OR DRAWING
BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY. As rescanning documents will not correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox